

7 15

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-217990

(P2004-217990A)

(43) 公開日 平成16年8月5日(2004.8.5)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

F I

テーマコード (参考)

C23C 14/34

C23C 14/34

A

4K018

B22F 3/10

B22F 3/10

F

4K029

B22F 3/15

B22F 3/15

M

4M104

C22C 1/04

C22C 1/04

D

C22C 27/04

C22C 27/04 101

審査請求 未請求 請求項の数 10 O L (全 15 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2003-5964 (P2003-5964)

(22) 出願日 平成15年1月14日 (2003.1.14)

(71) 出願人 000003078

株式会社東芝

東京都港区芝浦一丁目1番1号

(74) 代理人 100077849

弁理士 須山 佐一

(72) 発明者 渡辺 高志

神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株  
式会社東芝横浜事業所内

(72) 発明者 小松 透

神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株  
式会社東芝横浜事業所内

Fターム(参考) 4K018 AA20 AA22 BA09 CA23 DA01

DA11 DA31 EA12 FA06 FA50

KA29

最終頁に続く

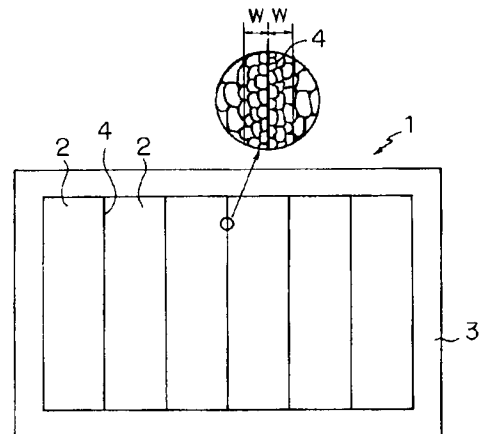
(54) 【発明の名称】 スパッタリングターゲットとその製造方法

## (57) 【要約】

【課題】複数のMo-W合金製ターゲット片を接合してなる大型のスパッタリングターゲットにおいて、接合部などに起因するパーティクルの発生量の増加を抑制する。

【解決手段】接合型スパッタリングターゲット1は、Mo-W合金からなる複数のターゲット片2、2を、例えばHIP処理で固相拡散接合することにより構成されている。ターゲット1を構成するMo-W合金は、複数のターゲット片2、2間の接合界面4から幅300μmの接合界面近傍領域における平均結晶粒径が3〜50μmの範囲とされており、またターゲット全体としての平均結晶粒径は例えば200μm以下とされている。

【選択図】 図1



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

M〇-W合金からなる複数のターゲット片を接合してなるスパッタリングターゲットであって、

前記複数のターゲット片間の接合界面から幅300 $\mu$ mの接合界面近傍領域における前記M〇-W合金の平均結晶粒径が3~50 $\mu$ mの範囲であることを特徴とするスパッタリングターゲット。

## 【請求項2】

請求項1記載のスパッタリングターゲットにおいて、

前記M〇-W合金のターゲット全体としての平均結晶粒径が200 $\mu$ m以下であることを特徴とするスパッタリングターゲット。

10

## 【請求項3】

請求項1または請求項2記載のスパッタリングターゲットにおいて、

前記ターゲット中のM〇は、EPM A解析のマッピング結果において500 $\times$ 500 $\mu$ mの測定領域内に測定感度のカウント数が150以上の連なった部分を有し、かつカウント数が250以上の偏析部の大きさが100 $\mu$ m以下であることを特徴とするスパッタリングターゲット。

## 【請求項4】

請求項3記載のスパッタリングターゲットにおいて、

前記M〇のEPM A解析のマッピング結果における測定領域を等面積に4分割したとき、分割後の各領域内におけるカウント数が250以上のM〇偏析部の面積比率は各領域間でのバラツキが30%以下であることを特徴とするスパッタリングターゲット。

20

## 【請求項5】

請求項1ないし請求項4のいずれか1項記載のスパッタリングターゲットにおいて、

少なくとも一辺の長さが800mm以上の矩形状、または直径が800mm以上の円形状のスパッタ面を有することを特徴とするスパッタリングターゲット。

## 【請求項6】

請求項1ないし請求項5のいずれか1項記載のスパッタリングターゲットにおいて、

前記M〇-W合金は、Wを20~50原子%の範囲で含み、残部が実質的にM〇および不可避免的不純物からなることを特徴とするスパッタリングターゲット。

30

## 【請求項7】

M〇-W合金からなる複数のターゲット片を接合してスパッタリングターゲットを製造するにあたり、

M〇粉末とW粉末との混合粉末をターゲット片形状に成形して、複数の成形体を作製する工程と、

前記複数の成形体を焼結して、前記M〇-W合金からなる複数のターゲット片を作製する工程と、

前記複数のターゲット片間をHIP処理により接合する工程と

を具備することを特徴とするスパッタリングターゲットの製造方法。

## 【請求項8】

40

請求項7記載のスパッタリングターゲットの製造方法において、

前記複数の成形体を1000~1500 $^{\circ}$ Cの温度で仮焼結した後に、1600 $^{\circ}$ C以上の温度で本焼結して前記複数のターゲット片を作製し、さらに1200~1600 $^{\circ}$ Cの温度で前記HIP処理を施して前記複数のターゲット片間を接合することを特徴とするスパッタリングターゲットの製造方法。

## 【請求項9】

請求項7または請求項8記載のスパッタリングターゲットの製造方法において、

前記M〇粉末とW粉末との混合粉末を、平均粒径が30 $\mu$ m以下の前記M〇粉末に、平均粒径が15 $\mu$ m以下の第1のW粉末を10~30質量%の範囲で含み、残部が平均粒径が60 $\mu$ m以下の第2のW粉末からなる混合W粉末を混合して調製することを特徴とするス

50

スパッタリングターゲットの製造方法。

【請求項10】

請求項7ないし請求項9のいずれか1項記載のスパッタリングターゲットの製造方法において、

前記接合工程時に前記複数のターゲット片間の接合界面から幅300 $\mu$ mの接合界面近傍領域における前記M〇ーW合金の平均結晶粒径を3～50 $\mu$ mの範囲に制御することを特徴とするスパッタリングターゲット。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、M〇ーW合金からなる大型のスパッタリングターゲットとその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

近年、非晶質シリコン( $\alpha$ -Si)膜を用いて形成された薄膜トランジスタ(TFT)をスイッチング素子として適用したアクティブマトリックス型液晶表示装置が多用されている。これは、安価なガラス基板上に低温成膜が可能な $\alpha$ -Si膜を用いてTFTアレイを構成することにより、大面積、高精細、高画質でかつ安価なディスプレイ装置などを実現できるからである。

【0003】

大面積の液晶表示装置(ディスプレイ装置)を構成する場合、必然的にアドレス配線の総延長が飛躍的に増加するため、アドレス配線などの有する抵抗分が増加する。このアドレス配線の抵抗分の増加に伴って、スイッチング素子に与えられるゲートパルスの遅延が顕著になり、液晶の制御が困難になるという問題が生じる。このため、少なくとも配線幅などのパラメータを維持したまま、ゲートパルスの遅延を回避することが必要となる。

【0004】

このようなゲートパルスの遅延を回避し得る配線材料として、M〇ーW合金膜が用いられている(例えば特許文献1や特許文献2など参照)。M〇ーW合金膜は低抵抗であることに加えて、エッチャント耐性やテーパ加工性などに優れることから、大面積化を図った液晶表示装置のみならず、ディスプレイの高精細化を図るために配線幅や配線間隔を狭小化した液晶表示装置、また配線幅を狭くして開口率を向上させた液晶表示装置などに対して有効である。

【0005】

上述したM〇ーW合金からなる配線膜は、特許文献1や特許文献2に記載されているように、M〇ーW合金ターゲットを用いたスパッタ成膜により形成することが一般的である。ここで、液晶表示装置などの配線膜をスパッタ成膜で形成する場合、配線の断線やショートなどの原因となるパーティクル(被成膜基板上に付着する微細粒子)の発生を抑制することが、製品歩留りを高める上で重要となる。パーティクルの発生数はターゲットの密度と密接に関係することから、真空溶解法やホットプレスなどにより高密度化したターゲットが用いられている。また、大型のターゲットでは例えば粉末焼結法と圧延加工などとを組合せることによって、一体化された高密度ターゲットを実現している。

【0006】

しかしながら、上述したM〇ーW合金のように難加工材料の場合には、焼結時や圧延加工時にクラックなどが生じやすいことから、大型で高密度の単体ターゲットを作製することは難しい。特に、液晶表示装置の配線膜形成工程においては、例えば一辺の長さが800mm、さらには1000mmを超えるような大型のターゲットが求められており、このような大型の高密度ターゲットをM〇ーW合金で作製することは非常に困難である。そこで、大型で高密度のM〇ーW合金ターゲットの製法を確立することが急務とされている。

【0007】

一方、大型のスパッタリングターゲットの作製方法としては、従来から複数のターゲット

10

20

30

40

50

片を接合する方法が知られている（例えば特許文献3など参照）。しかし、複数のターゲット片を例えばろう材などを用いて接合した場合には、接合部（分割部）からのパーティクルの発生が増加し、製品歩留りの低下原因となっている。また、特許文献3には複数のターゲット片間に同組成の材料を溶射し、複数のターゲット片を一体化させることによって、大型ターゲットを作製することが記載されているが、このような方法を適用しても直径0.2  $\mu\text{m}$ 以下というような微細なパーティクルの発生を十分に抑制することはできない。

【0008】

【特許文献1】国際公開第95/16797号パンフレット

【特許文献2】特開平11-36067号公報

【特許文献3】特開平11-269637号公報

【0009】

【発明が解決しようとする課題】

上述したように、液晶表示装置の配線膜形成工程などに使用されるM<sub>1</sub>O-W合金ターゲットにおいては、単体で高密度の大型ターゲットを歩留りよく作製することが困難であることから、個々に高密度化した複数のターゲット片を接合して大型ターゲットを実現することが求められているが、従来の複合法（ターゲット片間の接合法）を適用しただけでは、接合部（分割部）からのパーティクルの発生を十分に抑制することができないという問題がある。

【0010】

このようなことから、パーティクルの発生を再現性よく抑制することが可能な接合タイプのM<sub>1</sub>O-W合金ターゲット、具体的には一辺が800mm、さらには1000mmを超えるような大型のM<sub>1</sub>O-W合金ターゲットが望まれている。さらに、液晶表示装置などの配線膜形成用M<sub>1</sub>O-W合金ターゲットを大型化するにあたっては、パーティクルの抑制のみならず、成膜時の膜厚や膜質の均一性などの基準が従来サイズのターゲットと同等もしくはそれ以上に厳しく求められていることから、このような要求特性を満足させることが可能な大型のM<sub>1</sub>O-W合金ターゲットが強く求められている。

【0011】

本発明はこのような課題に対処するためになされたもので、複数のターゲット片（M<sub>1</sub>O-W合金製ターゲット片）を接合してなる大型スパッタリングターゲットにおいて、接合部（分割部）からのパーティクルの発生を再現性よく抑制し得ると共に、M<sub>1</sub>O-W合金膜の膜厚や膜質の均一性を高めることを可能にしたスパッタリングターゲットとその製造方法を提供することを目的としている。

【0012】

【課題を解決するための手段】

本発明のスパッタリングターゲットは、請求項1に記載したように、M<sub>1</sub>O-W合金からなる複数のターゲット片を接合してなるスパッタリングターゲットであって、前記複数のターゲット片間の接合界面から幅300  $\mu\text{m}$ の接合界面近傍領域における前記M<sub>1</sub>O-W合金の平均結晶粒径が3～50  $\mu\text{m}$ の範囲であることを特徴としている。本発明のスパッタリングターゲットにおいて、前記M<sub>1</sub>O-W合金のターゲット全体としての平均結晶粒径は、請求項2に記載したように200  $\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。

【0013】

本発明のスパッタリングターゲットは、さらに請求項3に記載したように、前記ターゲット中のM<sub>1</sub>OがEPMA解析のマッピング結果において500×500  $\mu\text{m}$ の測定領域内に測定感度のカウント数が150以上の連なった部分を有し、かつカウント数が250以上の偏析部の大きさが最大径で100  $\mu\text{m}$ 以下であること、また請求項4に記載したように、前記EPMA解析の測定領域を等面積に4分割したとき、分割後の各領域内におけるカウント数が250以上のM<sub>1</sub>O偏析部の面積比率は各領域間でのバラツキが30%以下であることを特徴としている。

【0014】

10

20

30

40

50

本発明のスパッタリングターゲットは、請求項5に記載したように、少なくとも一辺の長さが800mm以上の矩形状のスパッタ面、または直径が800mm以上の円形状のスパッタ面を有するスパッタリングターゲット、すなわち複数のターゲット片を接合してなる大型のスパッタリングターゲット（以下、接合型スパッタリングターゲットと記す）に対して好適である。

#### 【0015】

本発明のスパッタリングターゲットにおいては、複数のターゲット片を接合界面から幅300μmの領域におけるM-O-W合金の平均結晶粒径が3〜50μmの範囲となるように接合、具体的には固相接合（固相拡散接合）している。このような構成に基づいて、パーティクルの発生要因となるM-O-W合金の結晶粒の粗大化を抑制した上で、実用的な強度などを有すると共に、接合部に起因するパーティクルの増加を抑制した大型の接合型スパッタリングターゲットを実現することが可能となる。これは例えば液晶表示装置の大面積化などに伴う配線膜形成用M-O-W合金ターゲットに対する大型化要求に対応するものである。

10

#### 【0016】

また、本発明のスパッタリングターゲットの製造方法は、請求項7に記載したように、M-O-W合金からなる複数のターゲット片を接合してスパッタリングターゲットを製造するにあたり、M-O粉末とW粉末との混合粉末をターゲット片形状に成形して、複数の成形体を作製する工程と、前記複数の成形体を焼結して、前記M-O-W合金からなる複数のターゲット片を作製する工程と、前記複数のターゲット片間をHIP処理により接合する工程とを具備することを特徴としている。

20

#### 【0017】

本発明のスパッタリングターゲットの製造方法において、請求項8に記載したように、ターゲット片の作製工程は複数の成形体を1000〜1500℃の温度で仮焼結した後、1600℃以上の温度で本焼結することが好ましく、さらに1200〜1600℃の温度でHIP処理を施して複数のターゲット片間を接合することが好ましい。また、M-O粉末とW粉末との混合粉末は、請求項9に記載したように、平均粒径が30μm以下のM-O粉末に、平均粒径が15μm以下の第1のW粉末を10〜30質量%の範囲で含み、残部が平均粒径が60μm以下の第2のW粉末からなる混合W粉末を混合することにより調製することが好ましい。

30

#### 【0018】

##### 【発明の実施の形態】

以下、本発明を実施するための形態について説明する。

図1および図2は本発明の一実施形態によるスパッタリングターゲットの概略構成を示す図であり、図1はスパッタリングターゲットの平面図、図2はその断面図である。これらの図に示すスパッタリングターゲット1は、M-O-W合金からなる複数のターゲット片2、2を有している。そして、これら複数のターゲット片2、2間を接合、具体的には固相拡散接合することによって、接合型のスパッタリングターゲット1が構成されている。なお、図中3はパッキングプレートであり、接合型スパッタリングターゲット1はパッキングプレート3にろう付けなどにより固定されている。

40

#### 【0019】

上記した各ターゲット片2、2を構成するM-O-W合金の合金組成は特に限定されるものではないが、例えばWを20〜50原子%の範囲で含み、残部が実質的にM-Oおよび不可避免的な不純物からなる合金組成を適用することが好ましい。M-O-W合金中のWの比率が20原子%未満であると、配線膜などを形成した際の電気抵抗が上昇すると共に、エッチャント耐性（例えば層間絶縁膜などのエッチャントに対する耐性）などが低下するおそれがある。また、Wの比率が50原子%を超えた場合にも同様に抵抗が上昇し、さらに配線膜を成膜する際のスパッタレートなども低下する。

#### 【0020】

なお、本発明のスパッタリングターゲットに用いられるM-O-W合金は、得られる配線膜

50

などの特性を向上させるために、それに含まれる不純物元素量をなるべく少なくすることが好ましい。例えば、不純物としての酸素は500 P P m以下とすることが好ましく、さらに好ましくは100 P P m以下である。これは、酸素量があまり多いと空孔（ポア）が発生し、密度の低下などを招きやすいためである。密度の低下はパーティクル発生量の増加に繋がる。酸素量を低減するためには、例えばターゲットの製造工程で水素還元などを実施することが有効である。

#### 【0021】

各ターゲット片2、2 はM〇-W合金の粉末焼結体であることが好ましく、さらに粉末焼結体の相対密度は99%以上であることが好ましい。各ターゲット片2、2 の相対密度があまり低いと、接合部に関わりなくパーティクルの発生量が増加する。すなわち、M〇-W合金ターゲット中に多量のポアが存在すると、例えばスパッタリング時にポア内に入り込んだAトイオンにより叩き出されたスパッタ粒子がポアの縁に堆積して突起物を形成する。この突起物が異常放電を引き起こしてパーティクルを発生させる。各ターゲット片2、2 を密化することによって、このようなパーティクルの発生を抑制することができる。従って、M〇-W合金からなる各ターゲット片2、2 の相対密度は99%以上であることが好ましく、さらには99.5%以上であることがより好ましい。

#### 【0022】

M〇-W合金からなるターゲット片2は、さらにM〇とWの分散状態をE P M A (E l e c t r o n P r o b e X - r a y M i c r o a n a l y z e r : 電子線プローブ(X線)マイクロアナライザ)解析した際に、以下に示す条件を満足していることが好ましい。すなわち、ターゲット片2に対するM〇のE P M A解析のマッピング結果において、500×500 μmの測定領域内にM〇の測定感度のカウント数が150以上の連なった部分が存在すると共に、カウント数が250以上のM〇偏析部の大きさ(最大径として)が100 μm以下であることが好ましい。測定感度のカウント数が150以上の連なった部分が存在しない、もしくはM〇偏析部の大きさが100 μmを超えるということは、M〇とWの分散状態が不均一である(M〇の偏析が顕著である)ことを意味し、M〇とWのスパッタレートの違いなどに基づいて膜厚の均一性などが低下すると共に、パーティクルの発生量も増加する。

#### 【0023】

さらに、上記したM〇のE P M A解析のマッピング結果における測定領域を等面積に4分割したときに、分割後の各領域内におけるM〇偏析部(カウント数が250以上)の面積比率(M〇偏析部の面積/4分割した後の各領域の面積)の各領域間でのバラツキが30%以下であることが好ましい。すなわち、M〇偏析部の偏りを低減することで、パーティクルの発生や膜厚の不均一化などをより確実に抑制することができる。M〇偏析部の大きさは50 μm以下であることがより好ましく、また各領域間でのM〇偏析部の面積比率のバラツキは15%以下であることがより好ましい。

#### 【0024】

このように、ターゲット片2内のM〇とWの分散状態をより均一な状態に近づけることによって、パーティクルの発生を再現性よく抑制し得ると共に、膜厚の均一性を高めることが可能となる。上述したようなM〇の分散状態(E P M A解析のマッピング結果により規定される分散状態)は、ターゲット片2を粉末焼結により作製すると共に、後述するように焼結時の条件を制御することで実現可能となる。例えば、M〇-W合金からなるターゲット片は溶解材に圧延などを施すことによって得られるが、圧延材は結晶粒径の粗大化やM〇の偏析が生じやすいことから、ターゲット片の微細組織に基づいてパーティクルが発生しやすいと共に、形成した膜の膜厚なども不均一になりやすい。また、大型のM〇-W合金ターゲットを単体で作製した場合にも、M〇の偏析などが顕著になる。

#### 【0025】

なお、本発明におけるE P M A解析のマッピングは、加速電流15 k V、照射電流2.0×10<sup>-7</sup> A、時間30 m S e cの条件で測定したものである。また、M〇偏析部の面積比率の各領域間でのバラツキは、上記したM〇偏析部の面積比率(E P M A解析の測定領域

10

20

30

40

50

を4分割した各領域における面積比率)の最大値と最小値から、 $\left[ \left\{ \frac{\text{最大値} - \text{最小値}}{\text{最大値} + \text{最小値}} \right\} \times 100 (\%) \right]$ の式に基づいて求めるものとする。

【0026】

接合型スパッタリングターゲット1は、上述したような特性を有する複数のターゲット片2、2、すなわちM〇ーW合金からなる複数のターゲット片2、2間を接合することにより構成されたものである。複数のターゲット片2、2間は、例えばHIP処理のような加圧下での加熱処理により固相拡散接合するものとする。すなわち、隣接するターゲット片2同士の界面(接合界面)4は、ろう材のような接合材を存在させることなく、M〇ーW合金間の固相拡散により接合されていることが好ましい。前述したように、ろう材などを使用してターゲット片間を接合すると、接合部がパーティクルの発生原因となる。

10

【0027】

上記したように、複数のターゲット片2、2間を固相拡散により接合した上で、接合型スパッタリングターゲット1は接合界面4から幅300μmの領域(接合界面近傍領域)におけるM〇ーW合金の平均結晶粒径を3~50μmの範囲に制御している。ここで、接合界面近傍領域とは図1中の円内拡大図に示すように、接合界面4からの幅wが300μmの範囲を示すものである。HIP処理などを利用した固相拡散接合は強加工であり、一般に被加工材(ここではM〇ーW合金)の粒成長を招きやすい。従って、接合界面近傍領域におけるM〇ーW合金の平均結晶粒径が50μmを超えると、各ターゲット片2自体のM〇ーW合金の結晶粒が粗大化して、パーティクルの発生量が増加する。また、接合界面近傍からのパーティクルの増大や接合強度の低下なども招くことになる。

20

【0028】

一方、接合界面近傍領域におけるM〇ーW合金の平均結晶粒径が3μm未満であるということは、ターゲット片2間が十分に接合されていないことを意味する。これではターゲット片2間の接合強度が不足するだけでなく、接合界面に存在する空孔などに起因してパーティクルの発生量が増加する。言い換えると、接合界面近傍領域におけるM〇ーW合金の平均結晶粒径を3~50μmの範囲に制御することによって、接合型ターゲットとしての実用的な強度などを十分に満足させた上で、パーティクルの発生量を大幅に抑制した大型のM〇ーW合金ターゲット、すなわち接合型スパッタリングターゲット1を実現することが可能となる。接合界面近傍領域におけるM〇ーW合金の平均結晶粒径は10~30μmの範囲に制御することがより好ましい。

30

【0029】

また、接合型スパッタリングターゲット1全体としてのM〇ーW合金の平均結晶粒径は200μm以下であることが好ましい。ターゲット全体としてのM〇ーW合金の平均結晶粒径が200μmを超えると、結晶粒の粗大化に基づくパーティクル発生量の増加を招くことになる。すなわち、M〇ーW合金の結晶粒が粗大化すると、結晶粒の結晶方位で異なるスパッタレートの差などに基づいて結晶粒間に段差が生じるため、スパッタ粒子が段差部や結晶面に付着して堆積しやすくなる。特に、ターゲットの中央部や端部では、斜め方向からのスパッタ粒子が不安定に堆積する。このような不安定に堆積したスパッタ粒子はスパッタ中に剥離、脱落しやすく、これがパーティクルの発生原因となる。さらに、大きな段差部では異常放電によるスプラッシュが発生しやすいため、これによってもパーティクルの発生量が増加する。

40

【0030】

ターゲット全体としてのM〇ーW合金の平均結晶粒径を200μm以下と微細化することによって、上記したような原因によるパーティクルの発生を抑制することが可能となる。従って、ターゲット全体としてのM〇ーW合金の平均結晶粒径は200μm以下とすることが好ましく、より好ましくは50μm以下である。ただし、M〇ーW合金の平均結晶粒径があまり小さすぎると、ターゲットの低密度化などの原因となるおそれがあることから、ターゲット全体としてのM〇ーW合金の平均結晶粒径は5μm以上であることが好ましい。

【0031】

50

ここで、接合界面近傍領域におけるM〇-W合金の平均結晶粒径は、接合界面4を中心とする半径300 $\mu$ mの円内に存在する結晶粒の粒径を倍率100倍以上の顕微鏡観察により測定して平均化し、この値を任意の3箇所以上について求めると共に、これらを平均した値を示すものとする。また、ターゲット全体としてのM〇-W合金の平均結晶粒径は、スパッタ面の任意の10箇所以上から試料を採取し、これら各試料の顕微鏡観察（倍率100倍以上）により測定した平均結晶粒径を、10個以上の試料について平均した値を示すものとする。

#### 【0032】

上述した接合型スパッタリングターゲット1は、特に大型化のM〇-W合金ターゲットに対して好適である。例えば、図1に示したような矩形のM〇-W合金ターゲットについては、少なくとも一辺の長さが800mm以上の矩形状のスパッタ面を有する場合においても、パーティクルの抑制効果や膜厚の均一化効果などを有する接合型スパッタリングターゲット1、すなわち液晶表示装置などに用いられる配線膜（M〇-W合金膜）を高歩留りで作製することが可能な接合型スパッタリングターゲット1を実現することができる。また、円形のM〇-W合金ターゲットについては、直径が800mm以上の円形状のスパッタ面を有する場合においても、同様にパーティクルの抑制効果や膜厚の均一化効果などを有する接合型スパッタリングターゲットを実現することができる。

#### 【0033】

また、本発明の接合型スパッタリングターゲットは、液晶表示装置のアドレス配線などに適用されるM〇-W合金膜（配線膜）の形成用として好適である。このようなM〇-W合金配線膜は、大面積化を図った液晶表示装置、ディスプレイの高精細化に伴って配線や配線間隔を狭小化した液晶表示装置、また配線幅を狭くして開口率を向上させた液晶表示装置などに対して有効である。さらに、本発明の接合型スパッタリングターゲットは液晶表示装置の配線形成用に限らず、プラズマ表示装置、固体表示装置、電界放出型冷陰極を用いた平面型表示装置などの配線形成用としても有効である。

#### 【0034】

この実施形態の接合型スパッタリングターゲット1は、例えば以下のようにして作製することができる。まず、M〇粉末とW粉末とを前述した所望の組成比となるように混合して、均一な混合原料粉末を作製する。この際、M〇粉末とW粉末との混合粉末は、平均粒径が15 $\mu$ m以下の第1のW粉末と平均粒径が60 $\mu$ m以下の第2のW粉末との混合W粉末を、平均粒径が30 $\mu$ m以下のM〇粉末に混合して調製することが好ましい。このような混合原料粉末を使用することによって、ターゲット片を高密度化することができると共に、前述したようなM〇の分散状態（EPMA解析のマッピング結果により規定される分散状態）をより確実に実現することが可能となる。

#### 【0035】

M〇粉末の平均粒径が30 $\mu$ mを超えると、M〇-W合金の結晶粒の粗大化やターゲット片の低密度化、さらにはM〇の過剰な偏析などを招くおそれがある。また、W粉末については、上記したように平均粒径が15 $\mu$ m以下の第1のW粉末と平均粒径が60 $\mu$ m以下の第2のW粉末との混合W粉末を使用することによって、粗大なW粒子の間に微細なW粒子が入り込むことから、M〇-W合金の焼結性を高めて高密度化することが可能となる。焼結性の向上はターゲット片間の接合性の向上にも繋がる。各W粉末の平均粒径が上記した値を超えると、いずれも焼結性の低下を招きやすくなる。

#### 【0036】

第1のW粉末と第2のW粉末との混合比は、第1のW粉末の質量比〔（第1のW粉末の質量／（第1のW粉末の質量＋第2のW粉末の質量）） $\times$ 100（％）〕が10～30％の範囲となるように調整することが好ましい。第1のW粉末の混合比が10質量％未満であると、上記したようなメカニズムによる焼結性の向上効果を十分に得ることができず、共に、M〇の過剰な偏析が発生しやすくなる。一方、第1のW粉末の混合比が30質量％を超える場合にも、微細粒子が多くなりすぎて焼結性が低下する。混合W粉末における第1のW粉末の含有比は15～25質量％の範囲とすることがより好ましい。

## 【0037】

次いで、上記したようなM○粉末とW粉末との混合粉末を所望のターゲット片形状に成形して、複数の成形体を作製する。M○粉末とW粉末との混合粉末の成形には、ターゲット片を高密度化する上でCIP（冷間静水圧プレス）などの加圧成形を適用することが好ましい。次いで、ターゲット片形状の複数の成形体を焼結して、M○-W合金からなる複数のターゲット片を作製する。このターゲット片の焼結工程は、まず水素雰囲気中などにおいて成形体を1000～1500℃の温度で仮焼結した後、1600℃以上の温度で本焼結することが好ましい。このような工程を経ることによって、高密度のターゲット片を再現性よく作製することが可能となる。

## 【0038】

すなわち、M○粉末とW粉末との混合粉末の成形体を予め水素雰囲気中などで仮焼結することによって、原料粉末に付着する酸素などが還元されて高密度化が達成しやすくなり、さらに高密度を実現した上でM○-W合金の結晶粒の粗大化を抑制することが可能となる。仮焼結温度が1000～1500℃の範囲を外れると、このような効果を十分に得ることができない。そして、このような条件で予備焼結した仮焼結体を、例えばAと雰囲気のような不活性雰囲気中にて1600℃以上の温度で本焼結することによって、高密度でかつM○の分散状態に優れたターゲット片を再現性よく得ることができる。本焼結にはHIP処理などを適用することも有効である。

## 【0039】

次に、上記した複数のターゲット片（M○-W合金の焼結体）を所望の形状に配置した後、HIP処理を施すことによって、複数のターゲット片間を接合する。このように、複数のターゲット片間の接合にHIP処理を適用することによって、ターゲット全体としてのM○-W合金の結晶粒の粗大化を抑制した上で、ターゲット片間の接合界面近傍領域（接合界面から幅300μmの領域）におけるM○-W合金の平均結晶粒径を3～50μmの範囲に制御することができる。言い換えると、複数のターゲット片間を良好に接合することができると共に、接合部に起因するパーティクルの増加を抑制することが可能となる。

## 【0040】

接合工程におけるHIP処理条件は、ターゲット全体としてのM○-W合金の結晶粒が粗大化することを抑制するために、加熱温度を1200～1600℃の範囲に設定すると共に、圧力を100～180MPaの範囲とすることが好ましい。HIP接合時の加熱温度は印加する圧力にもよるが、本焼結温度より低い温度に設定することが好ましい。これによって、ターゲット片のM○-W合金結晶粒の粒成長をより再現性よく抑制することが可能となる。このようにして得た接合型ターゲット素材に研削などの機械加工を施して、所定形状のM○-W合金ターゲット（接合型スパッタリングターゲット）を作製する。

## 【0041】

なお、上述した接合型スパッタリングターゲットの製造方法では、予めM○-W合金からなる複数のターゲット片を粉末焼結法で作製した後に、複数のターゲット片間をHIP処理により接合する場合について説明したが、本発明の接合型スパッタリングターゲットの製造方法はこれに限られるものではなく、複数のターゲット片を例えばHIP処理により焼結すると同時に、複数のターゲット片間を接合して作製することも可能である。このような製造方法においても、HIP処理条件を適宜選択することによって、本発明の構成を満足する接合型スパッタリングターゲットを得ることができる。さらに、他の製造方法を適用してもよいことは言うまでもなく、本発明の接合型スパッタリングターゲットはその製造方法に限定されるものではない。

## 【0042】

## 【実施例】

次に、本発明の具体的な実施例およびその評価結果について述べる。

## 【0043】

## 実施例1

まず、粒径15μm以下の第1のW粉末を30質量%含み、残部が粒径60μm以下の第

10

20

30

40

50

2のW粉末からなる混合W粉末を、平均粒径が $10\mu\text{m}$ のMo粉末に、MoとWの質量比が1:1となるように配合した後、高純度Arガスで置換したボールミルで48時間混合した。この混合原料粉末を成形用のラバー型に充填した後、 $200\text{MPa}$ の圧力をCIPにより加えて成形体を作製した。この成形体を水素雰囲気中にて $1400^\circ\text{C}\times 6$ 時間の条件で仮焼結した後、Ar雰囲気中にて $1800^\circ\text{C}\times 8$ 時間の条件で本焼結した。このようにして、Mo-W合金の焼結体からなる4個のターゲット片を作製した。各ターゲット片の形状は $32\times 32\times 6\text{mm}$ とした。

#### 【0044】

このようにして得た各ターゲット片(Mo-W合金の焼結体)のMo分散状態を、EPM A装置(JEOL社製JXA-8600M)を用いて解析し、 $500\mu\text{m}$ 四方の範囲のMoカラーマッピングをそれぞれ得た。これらMoのカラーマッピングはいずれも測定感度のカウント数が150以上の連なった部分を有し、かつカウント数が250以上のMo偏析部の最大サイズは約 $20\mu\text{m}$ であった。さらに、Moのカラーマッピングを均等に4分割し、分割後の各領域内におけるカウント数が250以上のMo偏析部の面積比率をそれぞれ求めた。これらMo偏析部の面積比率からパラッキを前述した式に基づいて求めたところ、Mo偏析部の面積比率の各領域間でのパラッキは5%であった。

#### 【0045】

次に、上記した4個のターゲット片(Mo-W合金の焼結体)を所定のターゲット形状に配置し、これを鉄製カプセル内に封入した後、 $176\text{MPa}$ の等方圧力を印加しつつ $1400^\circ\text{C}\times 6$ 時間の条件でHIP処理した。このHIP処理によって、各ターゲット片間を固相拡散接合した。このHIP接合体に機械加工および研削加工を施して、最終形状が直径 $127\times$ 厚さ $5\text{mm}$ の接合型Mo-W合金ターゲットを得た。

#### 【0046】

得られた接合型Mo-W合金ターゲットの相対密度は99.5%であった。さらに、前述した方法にしたがって、ターゲット片間の接合界面から幅 $300\mu\text{m}$ の領域におけるMo-W合金の平均結晶粒径と、ターゲット全体としての平均結晶粒径を求めた。その結果、接合界面近傍領域におけるMo-W合金の平均結晶粒径は $10\mu\text{m}$ であり、またターゲット全体としての平均結晶粒径は $45\mu\text{m}$ であった。このような接合型Mo-W合金ターゲットを後述する特性評価に供した。

#### 【0047】

#### 実施例2~4

上記した実施例1において、ターゲット片のサイズを $110\times 210\times 6\text{mm}$ とすると共に、原料混合粉末の各出発原料、成形体の仮焼結温度、仮焼結体の本焼結温度、ターゲット片間の接合条件(HIP処理時の圧力、温度および時間)を表1に示す各条件に変更する以外は、実施例1と同様にして接合型Mo-W合金ターゲットをそれぞれ作製した。なお、ターゲットの最終形状は $430\times 820\times 5\text{mm}$ に統一した。これら各接合型Mo-W合金ターゲットのMo分散状態(EPM A解析による)、相対密度、接合界面近傍領域における平均結晶粒径、およびターゲット全体としての平均結晶粒径を、実施例1と同様にして測定、評価した。その結果を表2に示す。また、各接合型Mo-W合金ターゲットは後述する特性評価に供した。

#### 【0048】

#### 実施例5

上記した実施例1において、ターゲット片の数を8個に変更する以外は実施例1と同様にして、最終形状が直径 $254\text{mm}\times$ 厚さ $5\text{mm}$ の接合型Mo-W合金ターゲットを作製した。この接合型Mo-W合金ターゲットのMo分散状態(EPM A解析による)、相対密度、接合界面近傍領域における平均結晶粒径、およびターゲット全体としての平均結晶粒径を、実施例1と同様にして測定、評価した。その結果を表2に示す。また、接合型Mo-W合金ターゲットは後述する特性評価に供した。

#### 【0049】

#### 実施例6

10

20

30

40

50

上記した実施例2において、ターゲット片の数を8個に変更する以外は実施例2と同様にして、最終形状が $870 \times 1660 \times 5$  mmの接合型M<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-W合金ターゲットを作製した。この接合型M<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-W合金ターゲットのM<sub>2</sub>O分散状態(E<sub>2</sub>P<sub>2</sub>M<sub>2</sub>A解析による)、相対密度、接合界面近傍領域における平均結晶粒径、およびターゲット全体としての平均結晶粒径を、実施例1と同様にして測定、評価した。その結果を表2に示す。また、接合型M<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-W合金ターゲットは後述する特性評価に供した。

【0050】

比較例1

上記した実施例2において、成形体の仮焼結温度を1000℃とすると共に、仮焼結体の本焼結温度を1400℃とし、さらにターゲット片間の接合時におけるHIP処理温度を1200℃とする以外は、実施例2と同様にして接合型M<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-W合金ターゲットを作製した。この接合型M<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-W合金ターゲットは表2に示すように相対密度が低く、またM<sub>2</sub>Oの偏析サイズも若干大きいものであった。そして、ターゲット片間の接合界面に空孔が存在しているため、接合界面近傍領域における平均結晶粒径は測定することができなかった。この接合型M<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-W合金ターゲットを後述する特性評価に供した。

【0051】

比較例2～3

上記した比較例1と同様に、原料混合粉末の出発原料、成形体の仮焼結温度、仮焼結体の本焼結温度、ターゲット片間の接合条件(HIP処理時の温度および時間)を表1に示す各条件に変更する以外は、実施例2と同様にして接合型M<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-W合金ターゲットをそれぞれ作製した。これらの接合型M<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-W合金ターゲットも表2に示すように相対密度が低く、またターゲット片間の接合界面に空孔が存在しているため、接合界面近傍領域における平均結晶粒径は測定することができなかった。各接合型M<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-W合金ターゲットは後述する特性評価に供した。

【0052】

比較例4

上記した実施例2において、原料混合粉末の各出発原料を変更すると共に、成形体の仮焼結温度を1800℃とする以外は、実施例2と同様にして接合型M<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-W合金ターゲットを作製した。この接合型M<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-W合金ターゲットは表2に示すように相対密度が低く、またターゲット片間の接合界面近傍領域における平均結晶粒径が64 μmと大きいものであった。この接合型M<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-W合金ターゲットを後述する特性評価に供した。

【0053】

参考例1～2

上記した実施例2において、原料混合粉末の各出発原料、成形体の仮焼結温度、仮焼結体の本焼結温度などを表1に示す各条件に変更する以外は、実施例2と同様にして接合型M<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-W合金ターゲットをそれぞれ作製した。これら接合型M<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-W合金ターゲットは、接合界面近傍領域における平均結晶粒径は本発明の条件を満足しているものの、参考例1のターゲットは相対密度が低いと共に、M<sub>2</sub>O偏析部のバラツキが大きく、また参考例2のターゲットは相対密度が低いと共に、M<sub>2</sub>O偏析部の最大サイズおよびバラツキが共に大きいものであった。これら各接合型M<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-W合金ターゲットを後述する特性評価に供した。

【0054】

【表1】

10

20

30

40

	原料混合粉末				仮焼結 温度 (℃)	本焼結 温度 (℃)	H I P 接合条件		
	Mo 粉の 平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	W 粉末の混合比		Mo:W (質量 比率)			圧力 (MPa)	温度 (℃)	時間 (h)
実施例 1	10	30	70	1:1	1400	1800	176	1400	4~6
実施例 2	20	20	80	1:1	1300	2000	150~180	1500	4~6
実施例 3	25	15	85	1:1	1500	1600	150~180	1800	4~6
実施例 4	10	10	90	1:1	1400	1800	150~180	1600	4~6
実施例 5	10	30	70	1:1	1400	1800	150~180	1400	4~6
実施例 6	10	30	70	1:1	1400	1800	150~180	1400	4~6
比較例 1	10	30	70	1:1	1000	1400	150~180	1200	4~6
比較例 2	70	45	55	1:1	1100	1800	150~180	1000	4~6
比較例 3	20	20	80	1:1	1800	1700	150~180	1100	4~6
比較例 4	25	5	95	1:1	1800	1800	150~180	1400	4~6
参考例 1	30	30	70	1:1	1300	1500	150~180	1500	4~6
参考例 2	100	35	65	1:1	1400	1700	150~180	1500	4~6

【 0 0 5 5 】

【 表 2 】

	ターゲット 形状 (mm)	Mo の EPMA 解析結果			ターゲット の相対密度 (%)	Mo-W 合金の 平均結晶粒径	
		カウント 150 以上 の連なり	Mo 偏析部の 最大サイズ ( $\mu\text{m}$ )	Mo 偏析部 のバラツキ (%)		接合界面 近傍領域 ( $\mu\text{m}$ )	全体 ( $\mu\text{m}$ )
実施例 1	直径 127mm	有り	20	5	99.5	10	20
実施例 2	430×820	有り	80	18	99.2	7	35
実施例 3	430×820	有り	50	10	99.8	20	32
実施例 4	430×820	有り	40	15	99.9	17	24
実施例 5	直径 254mm	有り	25	10	99.5	10	14
実施例 6	870×1660	有り	45	25	99.7	30	47
比較例 1	430×820	有り	70	20	96.7	—*	21
比較例 2	430×820	有り	75	63	98.9	—*	42
比較例 3	430×820	有り	50	25	96.4	—*	37
比較例 4	430×820	有り	20	15	94.1	64	84
参考例 1	430×820	有り	60	45	97.9	30	43
参考例 2	430×820	有り	150	45	95.3	40	62

\*：接合界面に空孔があるために測定不可。

【 0 0 5 6 】

上述した実施例 1～6、比較例 1～4 および参考例 1～2 による各接合型 Mo-W 合金ターゲットをスパッタリング装置に取り付けて、Ar ガス圧を 0.27 Pa とした条件下でスパッタリングを行い、それぞれ 5 インチの Si ウェーハ面上に厚さ約 200 nm の Mo-W 合金膜を成膜した。得られた各 Mo-W 合金膜中に存在する 0.2  $\mu\text{m}$  以下のパーティクル数を測定すると共に、各 Mo-W 合金膜の膜厚分布を測定、評価した。パーティクル数はパーティクル測定器 (WM3) を用いて測定した。膜厚分布については、膜厚測定装置 (ALPHA-STEP 200) を用いて膜厚を測定し、膜厚の最大値と最小値から  $[(\text{最大値} - \text{最小値}) / (\text{最大値} + \text{最小値})] \times 100 (\%)$  の式に基づいて膜厚のバラツキを求めた。これらの結果を表 3 に示す。

【 0 0 5 7 】

10

20

30

40

50

【表 3】

	パーティクル数 (個/ウエハ)	Mo-W合金膜 の膜厚バラツキ (%)
実施例 1	24	10
実施例 2	10	20
実施例 3	7	17
実施例 4	15	23
実施例 5	10	9
実施例 6	40	27
比較例 1	92	42
比較例 2	154	49
比較例 3	110	51
比較例 4	121	29
参考例 1	88	31
参考例 2	36	41

10

## 【0058】

表 3 から明らかなように、実施例 1～6 の各接合型 Mo-W 合金ターゲットによれば、パーティクルの混入量が少なく、かつ膜厚分布に優れる Mo-W 合金膜を得ることが可能であることが分かる。これらは Mo-W 合金からなる配線膜、ひいてはそのような配線膜を用いた液晶表示装置などの製造歩留まりの向上に大きく寄与するものである。一方、比較例 1～4 の各接合型 Mo-W 合金ターゲットはパーティクルの発生量が多く、また成膜した Mo-W 合金膜の膜厚バラツキも大きいものであった。

20

## 【0059】

実施例 7～8、比較例 5

上記した実施例 2 において、Mo と W の質量比を  $W = 20$  原子%に変更したものを実施例 7、 $W = 35$  原子%に変更したものを実施例 8 として、これら以外の条件は実施例 2 と同様にして、接合型 Mo-W 合金ターゲットをそれぞれ作製した。また、平均粒径が  $60 \mu\text{m}$  の W 粉末だけを用いて、実施例 2 と同様にして接合型 Mo-W 合金ターゲットを作製した（比較例 5）。これら各ターゲットについて、実施例 1 と同様な評価を行った。その結果を表 4 および表 5 に示す。

30

## 【0060】

【表 4】

	ターゲット 形状 (mm)	Mo の EPMA 解析結果			ターゲット の相対密度 (%)	Mo-W 合金の 平均結晶粒径	
		カウント 150 以上 の連なり	Mo 偏析部の 最大サイズ ( $\mu\text{m}$ )	Mo 偏析部 のバラツキ (%)		接合界面 近傍領域 ( $\mu\text{m}$ )	全体 ( $\mu\text{m}$ )
実施例 7	430×820	有り	100	25	99.2	10	18
実施例 8	430×820	有り	90	22	99.2	8	30
比較例 5	430×820	有り	180	40	98.1	60	65

40

## 【0061】

【表 5】

	パーティクル数 (個/ウエハ)	Mo-W合金膜 の膜厚バラツキ (%)
実施例 7	12	24
実施例 8	10	20
比較例 5	130	45

## 【0062】

表4および表5からも分かるように、本発明のMo-W合金ターゲットはMo-W合金の組成比を変えたものに対しても有効である。また、比較例5のように、W粉末の平均粒径が1種類のみではMoの偏析が生じやすい。

10

## 【0063】

## 【発明の効果】

以上説明したように、本発明のスパッタリングターゲットおよびその製造方法によれば、Mo-W合金ターゲットの大型化を図った上で、接合部などに起因するパーティクルの発生量の増加を再現性よく抑制することが可能となる。従って、Mo-W合金配線膜などの大面積化と高品質化に寄与するものである。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施形態によるスパッタリングターゲット（接合型Mo-W合金ターゲット）の概略構成を示す平面図である。

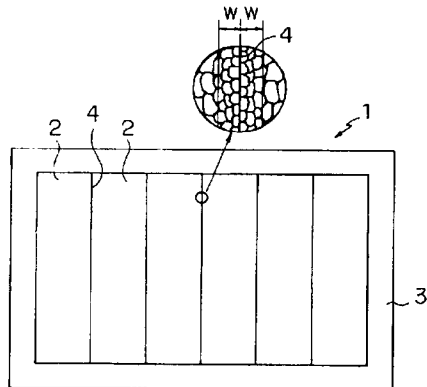
20

【図2】図1に示すスパッタリングターゲットの断面図である。

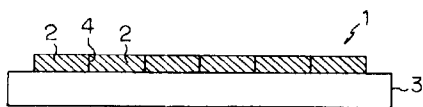
## 【符号の説明】

1 接合型スパッタリングターゲット、2 Mo-W合金からなるターゲット片、4 接合界面

## 【図1】



## 【図2】



---

フロントページの続き

(51)Int. Cl. <sup>7</sup>	F I	テーマコード (参考)
H 0 1 L 21/28	C 2 2 C 27/04	1 0 2
H 0 1 L 21/285	H 0 1 L 21/28	3 0 1 R
	H 0 1 L 21/285	S

Fターム(参考) 4K029 BC03 BC05 BD00 BD02 DC01 DC02 DC04 DC07 DC09  
4M104 AA09 BB16 BB18 CC05 DD40